

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 03207829
PUBLICATION DATE : 11-09-91

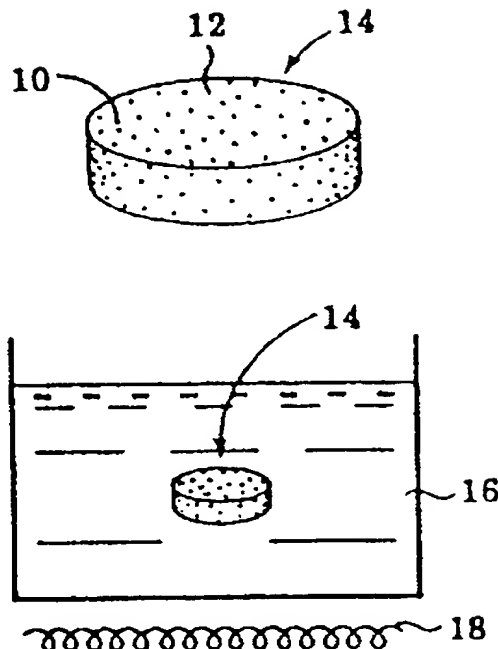
APPLICATION DATE : 09-10-90
APPLICATION NUMBER : 02270746

APPLICANT : TOYOTA MOTOR CORP;

INVENTOR : OOKIJIMA JIYUN;

INT.CL. : C22C 1/09

TITLE : MANUFACTURE OF METAL MATRIX COMPOSITE



ABSTRACT : PURPOSE: To efficiently manufacture the metal matrix composite at low cost by forming a porous formed body by the use of a reinforcing material and Ti material fine pieces, bringing the formed body into contact with the molten metal of light metal such as an Al material and permeating the formed body with the molten metal without pressurizing.

CONSTITUTION: The fine pieces 12 (having about 5 to 300 μ average particle size in the case of powder) of Ti or a Ti alloy (having about ≥ 50 wt.% Ti content) is mixed with a reinforcing material 10 (of ceramics such as SiC having about 6 to 250 μ average fibrous diameter) to manufacture a porous formed body 14. At this time, the amt. of the Ti material 12 is regulated to about 10 to 1000%, by volume, to that of the reinforcing material 10. Next, when the formed body 14 is immersed into the molten metal 16 of light metal selected from Al, Al alloys, Mg and Mg alloys heated by a heater 18, oxygen and nitrogen in the formed body 14 are adsorbed by Ti or the like to drop the pressure in the formed body 14, by which the molten metal 16 is effectively absorbed into the formed body 14. In this way, the composite in which the light metal 16 is satisfactorily filled into the spaces of the reinforcing material 10 can be obtd. without executing pressurizing.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-207829

⑬ Int. Cl.⁵
C 22 C 1/09

識別記号 庁内整理番号
A 7727-4K

⑭ 公開 平成3年(1991)9月11日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全11頁)

⑮ 発明の名称 金属基複合材料の製造方法

⑯ 特 願 平2-270746

⑰ 出 願 平2(1990)10月9日

優先権主張 ⑱ 平1(1989)10月20日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 平1-273525

㉑ 発 明 者	額 見 哲 也	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
㉒ 発 明 者	菅 沼 徹 哉	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
㉓ 発 明 者	田 中 淳 夫	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
㉔ 発 明 者	大 木 島 純	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
㉕ 出 願 人	トヨタ自動車株式会社	愛知県豊田市トヨタ町1番地	
㉖ 代 理 人	弁理士 明石 昌毅		

明 細 書

1. 発明の名称

金属基複合材料の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 強化材とTi又はTi合金の微細片との混合物よりなる多孔質の成形体を形成し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法。

(2) 強化材よりなり内部にTi又はTi合金の微細片の集合体が配置された多孔質の成形体を形成し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法。

(3) 開口部を有する容器内にTi又はTi合金の微細片の集合体を配置し、前記集合体に対し前

記開口部の側にて前記集合体を覆うよう前記容器内に強化材よりなる多孔質の成形体を配置し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法。

(4) Ti又はTi合金にて被覆された強化材よりなる多孔質の成形体を形成し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、複合材料に係り、更に詳細には短繊維等を強化材としアルミニウム合金等をマトリックスとする金属基複合材料の製造方法に係る。

[従来の技術]

溶融浸透法による複合材料の製造に於て溶湯に対する加圧や強化材成形体の予熱を省略することにより複合材料を能率よく且低廉に製造する方法として、本願出願人と同一の出願人の出願にかかる特願昭63-108072号及び同第特願昭63-108173号明細書には、強化材と特定の金属の微細片と金属フッ化物の微細片とを含む成形体を形成し、成形体の少なくとも一部をマトリックス金属の溶湯に接触させ、溶湯を実質的に加圧することなく成形体中に浸透させる方法が既に提案されている。

この先の提案にかかる方法によれば、金属フッ化物によって強化材や金属の微細片の表面の酸化膜が除去されることにより溶湯に対するこれらの材料の濡れ性が改善され、またマトリックス金属の溶湯が特定の金属の微細片伝いに成形体中へ浸透し、特定の金属とマトリックス金属との反応により生じる熱によって浸透性が向上され、また強化材の濡れ性が一層向上され、これにより良好な複合化が達成されるので、マトリックス金属の溶

湯を加圧したり成形体を高温に加熱することなく複合材料を能率よく低廉に製造することができる。

[発明が解決しようとする課題]

しかし上述の先の提案にかかる方法に於ては、強化材と特定の金属の微細片と金属フッ化物の微細片とを混合しなければならないため、複合材料を能率よく低廉に製造することに限界があり、また大きさや形状等の異なる三種類の物質を均一に混合することが困難であるため、均質な複合材料を製造することが困難である。また特定の金属はマトリックス金属と反応して金属間化合物を形成するため、マトリックス中に金属間化合物を含まない複合材料を製造することができない。

本発明は、上述の先の提案にかかる複合材料の製造方法に於ける上述の如き問題に鑑み、マトリックス金属の溶湯を加圧したり成形体を高温に加熱することなく複合材料を更に一層能率よく且低廉に製造することのできる方法を提供することを目的としている。

[課題を解決するための手段]

上述の如き目的は、本発明によれば、①強化材とTi又はTi合金の微細片との混合物よりなる多孔質の成形体を形成し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法、②強化材よりなり内部にTi又はTi合金の微細片の集合体が配置された多孔質の成形体を形成し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法、③開口部を有する容器内にTi又はTi合金の微細片の集合体を配置し、前記集合体に対し前記開口部の側にて前記集合体を覆うよう前記容器内に強化材よりなる多孔質の成形体を配置し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前

記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法、及び④Ti又はTi合金にて被覆された強化材よりなる多孔質の成形体を形成し、前記成形体をマトリックス金属としてのAl、Al合金、Mg、Mg合金よりなる群より選択された軽金属の溶湯に接触させ、前記溶湯を実質的に加圧することなく前記成形体中に浸透させる金属基複合材料の製造方法によって達成される。

尚本発明の方法に於て使用されるTi合金のTi含有量は50wt%以上、特に80wt%以上であることが好ましく、不可避免的な不純物を除くTi以外の元素は任意の元素であってよいが、特にAl、V、Sn、Fe、Cu、Mn、Mo、Zr、Cr、Si、Bであることが好ましい。

また本発明の上述の①～③の方法に於て使用されるTi又はTi合金の微細片の量は強化材に対する体積比で見て10～1000%、特に60～700%であることが好ましい。また本発明の上述の①～③の方法に於けるTi又はTi合金の微

細片は粉末、短繊維、ウイスカの如き形態をなしてよく、それらの大きさは粉末の場合には平均粒径 $5 \sim 300 \mu$ 、特に $10 \sim 70 \mu$ 程度であることが好ましく、短繊維及びウイスカの場合には平均繊維径 $10 \mu \sim 2$ 、特に $10 \sim 100 \mu$ 、平均繊維長 $10 \mu \sim 10$ 、特に $10 \sim 1000 \mu$ 程度であることが好ましい。

また本発明の上述の④の方法に於けるTi又はTi合金の被覆の厚さは 0.1μ 以上であることが好ましく、被覆を含む強化材の体積率は10%以上であることが好ましい。

また本発明の方法に於ける強化材はセラミックよりなっていることが好ましく、長繊維、短繊維、ウイスカ、粒子の如き形態をなしてよく、それらの大きさは長繊維の場合には平均繊維径 $6 \sim 250 \mu$ 、特に $10 \sim 100 \mu$ 程度であることが好ましく、短繊維及びウイスカの場合には平均繊維径 $0.1 \sim 200 \mu$ 、特に $0.1 \sim 100 \mu$ 、平均繊維長 $10 \mu \sim 5$ 、特に $10 \mu \sim 3$ 程度であることが好ましく、粒子の場合

には平均粒径 $0.1 \sim 4 \mu$ 、特に $0.1 \sim 3 \mu$ 程度であることが好ましい。

特に上述の②の方法に於てはTi又はTi合金の微細片の集合体は強化材よりなる成形体の外部に部分的に露呈していてもよく、また上述の③の構成に於て開口部は複数個設けられてもよい。

【発明の作用】

本発明の方法に於て使用されるTi又はTi合金の微細片や被覆に含まれるTiは酸素や窒素を吸着する所謂ゲッター効果を有し、この効果は微細片がマトリックス金属の溶湯の熱によって加熱されることにより向上される。

従って上述の何れの方法に於ても、成形体がマトリックス金属としての軽金属の溶湯に接触せしめられ、Ti又はTi合金の微細片が加熱されると、成形体内の酸素や窒素がTiによって吸着され、その結果成形体内の圧力が低下して軽金属の溶湯が成形体中に吸引され、これにより個々の強化材の間に軽金属が良好に充填された複合材料が形成される。

以下に添付の図を参照しつつ、本発明を実施例について詳細に説明する。

【実施例】

実施例1

平均粒径 30μ のSiC粒子（昭和電工株式会社製）と平均粒径 40μ のTi粉末（大阪チタニウム株式会社製）とを体積比で1:1となるよう配合し、その混合物をV型混練機を用いて約1時間混練した。次いでかくして処理された混合物を圧縮成形することにより、第1図に示されている如く、体積率35%のSiC粒子10と体積率35%のTi粉末12とよりなり直径 30 、高さ 10 の円板状の成形体14を3個形成した。

次いで第2図に示されている如く、各成形体を図には示されていないステンレス鋼製のるつぼ挟みを用いて、ヒータ18により 700°C 、 750°C 、 800°C に維持されたAl合金（JIS規格AC8A）の溶湯16中に約1分間浸漬し、しかる後成形体を溶湯より取出し、成形体に浸漬した溶湯をそのままの状態に凝固させた。

次いでかくして形成された複合材料をその軸線を通る平面に沿って切断し、その断面を研磨して光学顕微鏡にて観察したところ、何れの複合材料に於てもミクロポアを生じることなくAl合金が個々のSiC粒子の間に良好に充填され、SiC粒子とAl合金との密着状態も良好であることが認められた。

またこの実施例に於てSiC粒子とTi粉末との体積比が5:3に設定され、これらの体積率がそれぞれ50%、30%に設定された点を除き、上述の実施例の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造したところ、上述の実施例の場合と同様良好な複合材料が形成されていることが認められた。

実施例2

強化材として平均繊維径 3μ 、平均繊維長 0.2 のアルミナ-シリカ短繊維（イソライト工業株式会社製「アルシロン」）が使用され、平均粒径 40μ のTi粉末（大阪チタニウム株式会社製）が使用され、これらの体積混合比が1:1に

設定され、成形体の寸法が $75 \times 15 \times 10$ mmに設定され、マトリックス金属の溶湯として 850°C での純Alの溶湯が使用され、成形体を溶湯中に浸漬する時間が約5分に設定された点を除き、上述の実施例1の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、複合材料の断面を研磨して光学顕微鏡にて観察した。

その結果この実施例に於てもミクロポアを生じることなく個々のアルミナ-シリカ短繊維の間に純Alが良好に充填されており、アルミナ-シリカ短繊維と純Alとの密着状態も良好な複合材料が形成されていることが認められた。

実施例3

強化材として平均繊維径 $0.3\mu\text{m}$ 、平均繊維長 $1000\mu\text{m}$ のSiCウイスカ(東海カーボン株式会社製)が使用され、マトリックス金属の溶湯として 680°C の純Mgが使用された点を除き、上述の実施例2の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、その複合材料の断面を光学顕微鏡にて観察した。

Al合金(JIS規格A2024)の溶湯が使用された点を除き、上述の実施例2の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、その複合材料の断面を光学顕微鏡にて観察した。

その結果この実施例に於ても個々のアルミナ-シリカ短繊維及びSiC粒子の間にAl合金が良好に充填され、ミクロポアを含まず、アルミナ-シリカ短繊維及びSiC粒子とAl合金との密着性に優れた複合材料が形成されていることが認められた。

尚この実施例に於て、Ti粉末として平均粒径 $20\mu\text{m}$ 、 $60\mu\text{m}$ のTi粉末が使用された場合にも同様に良好な複合材料が形成されることが認められた。

実施例5

平均粒径 $3\mu\text{m}$ 、平均繊維長 1mm のアルミナ-シリカ短繊維(イソライト工業株式会社製「アルシロン」)をコロイダルシリカ(日産化学株式会社製「スノーテックスS」)水溶液中に投入して繊維が十分解繊されるまで水溶液を攪拌した後、

その結果この実施例に於てもミクロポアを生じることなく個々のSiCウイスカの間に純Mgが良好に充填されており、SiCウイスカと純Mgとの密着状態も良好であることが認められた。

またこの実施例に於て、マトリックス金属の溶湯として 680°C のMg合金(JIS規格A291)が使用された点を除き、この実施例の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造したところ、この複合材料に於てもミクロポアを生じることなくMg合金が個々のSiCウイスカの間に良好に充填されており、SiCウイスカとMg合金との密着状態も良好であることが認められた。

実施例4

上述の実施例2及び1に於て使用されたものと同じのアルミナ-シリカ短繊維、SiC粒子、Ti粉末が1:1:2の体積比にて混合され、成形体の寸法が $45 \times 28 \times 12$ mmに設定され、アルミナ-シリカ短繊維、SiC粒子、Ti粉末の体積率がそれぞれ17%、17%、34%に設定され、マトリックス金属の溶湯として 730°C のA

該水溶液に対し吸引成形を行うことにより、第3図に示されている如く、アルミナ-シリカ短繊維20よりなり、 $40 \times 40 \times 10$ mmの寸法を有し、 40×40 mmの寸法を有する一方の面の中央に直径 30mm 、深さ 2.5mm の穴22を有する成形体24を6個形成した。尚この成形体の乾燥後のアルミナ-シリカ短繊維の体積率は7%であり、シリカバインダの濃度は繊維の重量に対し10%であった。また平均粒径 $40\mu\text{m}$ のTi粉末(大阪チタニウム株式会社製)に対し圧縮成形を行うことにより、第4図に示されている如く、体積率30%のTi粉末26よりなり直径 30mm 、厚さ 5mm の寸法を有する成形体28を3個形成した。

次いで第5図に示されている如く、2個の成形体24と1個の成形体28とを組合せ、成形体28を成形体24の穴22内に配置し、それらの成形体を繊維径 $100\mu\text{m}$ のタンタル線30によって結束することにより、複合成形体32を3個形成した。次いでこれらの複合成形体を 700°C 、 750°C 、 800°C のAl合金(JIS規格AC

8A)の溶湯中に約5分間浸漬して保持し、しかる後成形体を溶湯より取出してそのままの状態にて成形体中の溶湯を凝固させ、得られた凝固体の中央部を切断してその断面を光学顕微鏡にて観察した。

その結果A1合金は元の成形体28の領域まで良好に浸透し、元の成形体24の領域にミクロポアが生じることなくA1合金が良好に充填されており、アルミナ-シリカ短繊維とA1合金との密着状態も良好であることが認められた。

また比較の目的で、この実施例に於て使用されたアルミナ-シリカ短繊維と同一の体積率7%のアルミナ-シリカ短繊維よりなり、 $40 \times 40 \times 20 \text{ mm}$ の寸法を有する成形体中にA1合金の溶湯を 1000 kg/cm^2 の圧力にて加圧充填させる高圧鋳造法により製造された複合材料を形成し、これらの複合材料及び上述の実施例の複合材料に対しT7熱処理を施した後それらの複合材料について曲げ試験を行ったところ、実施例の複合材料は比較例の複合材料と同等の強度(約 40 kgf/mm^2)

91)が使用された点を除き、上述の実施例6の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造した。

その結果この何れの複合材料に於ても、それぞれ純Mg及びMg合金がミクロポアを生じることなく個々のSiCウイスカの間に充填されており、SiCウイスカと純Mg及びMg合金との密着状態も良好であることが認められた。

実施例8

強化材として繊維径 $0.5 \sim 3 \mu\text{m}$ 、繊維長 $10 \sim 150 \mu\text{m}$ のテトラポット形状の三次元ウイスカである酸化亜鉛ウイスカ(松下産業機器株式会社製)と平均粒径 $30 \mu\text{m}$ のSiC粒子(昭和電工株式会社製)との均一な混合物が使用され、酸化亜鉛ウイスカ及びSiC粒子の体積率が共に5%に設定され、Ti粉末の体積率が70%に設定され、マトリックス金属の溶湯として730℃のA1合金(JIS規格A2024)が使用され、複合成形体を溶湯中に浸漬する時間が10分に設定された点を除き、上述の実施例5の場合と同一

を有していることが認められた。

実施例6

強化材として平均繊維径 $0.3 \mu\text{m}$ 、平均繊維長 $150 \mu\text{m}$ のSiCウイスカ(東海カーボン株式会社製)が使用され、SiCウイスカの体積率が10%、25%に設定され、Ti粉末の体積率が50%に設定され、マトリックス金属の溶湯として780℃の純A1の溶湯が使用され、複合成形体を溶湯中に浸漬する時間が30分に設定された点を除き、上述の実施例5の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、その断面を光学顕微鏡にて観察したところ、この実施例に於ても元のSiCウイスカよりなる成形体の領域にミクロポアを含まず個々のSiCウイスカの間に純A1が良好に充填されており、SiCウイスカと純A1との密着性に優れた複合材料が形成されていることが認められた。

実施例7

マトリックス金属の溶湯として680℃の純Mgの溶湯、680℃のMg合金(JIS規格AZ

の要領及び条件にて複合材料を製造し、その断面を観察した。

その結果アルミニウム合金がミクロポアを生じることなく個々のウイスカ及びSiC粒子の間に充填されており、ウイスカ及びSiC粒子とA1合金との密着状態も良好であることが認められた。

またこの実施例に於て、Ti粉末として平均粒径 $20 \mu\text{m}$ 、 $60 \mu\text{m}$ のTi粉末が使用された場合にも同様に良好な複合材料が形成されることが確認された。

尚上述の実施例5～実施例8の何れの場合にも、形成された複合材料中には実質的にTi粉末は存在していなかった。また上述の実施例5～実施例8に於て、Ti粉末の成形体の代りに成形体の穴内に各実施例の場合と同一の体積率にてTi粉末が充填された点を除き、それぞれ対応する実施例の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造したところ、それらの場合にも同様に良好な複合材料が形成されることが確認された。

実施例9

平均粒径 $3\mu\text{m}$ 、平均繊維長 1mm のアルミナ-シリカ短繊維（イソライト工業株式会社製「アルシロン」）をコロイダルシリカ（日産化学株式会社製「スノーテックスS」）水溶液中に投入して繊維が十分解繊されるまで水溶液を攪拌した後、該水溶液に対し吸引成形を行うことにより、第6図に示されている如く、アルミナ-シリカ短繊維 34 よりなり、直径 30mm 、長さ 40mm の寸法を有する成形体 36 を3個形成した。尚この成形体の乾燥後のアルミナ-シリカ短繊維の体積率は 7% であり、シリカバインダの濃度は繊維の重量に対し 10% であった。また平均粒径 $40\mu\text{m}$ のT 1 粉末（大阪チタニウム株式会社製）に対し圧縮成形を行うことにより、第7図に示されている如く、体積率 30% のT 1 粉末 38 よりなり直径 30mm 、厚さ 5mm の寸法を有する成形体 40 を3個形成した。次いで第8図に示されている如く、一端のみ開口し、内径 30mm 、長さ 48mm 、厚さ 3mm の寸法を有するアルミナ管 42 を用意し、アルミナ管内に成形体 40 を配置し、しかる後成形

体 36 を配置し、アルミナ管の周りに繊維径 $100\mu\text{m}$ のタンタル線 44 を長手方向に巻掛けて結束することにより、成形体をアルミナ管内に固定した。次いで内部に成形体 36 及び 40 を有するアルミナ管を 700°C 、 750°C 、 800°C のA 1 合金（JIS規格AC $8A$ ）の溶湯中に約5分間浸漬して保持し、しかる後成形体を溶湯より取出してそのままの状態にて成形体中の溶湯を凝固させ、得られた凝固体の中央部を切断してその断面を光学顕微鏡にて観察した。

その結果A 1 合金は元の成形体 40 の領域まで良好に浸透し、元の成形体 36 の領域にミクロポアが生じることなくA 1 合金が良好に充填されており、アルミナ-シリカ短繊維とA 1 合金との密着状態も良好であることが認められた。

また比較の目的で、この実施例に於て使用されたアルミナ-シリカ短繊維と同一の体積率 7% のアルミナ-シリカ短繊維よりなり、直径 30mm 、長さ 40mm の寸法を有する成形体中にA 1 合金の溶湯を 1000kg/cm^2 の圧力にて加圧充填させる

高圧鑄造法により製造された複合材料を形成し、この複合材料及び上述の実施例の複合材料に対しT 7 熱処理を施した後それらの複合材料について曲げ試験を行ったところ、実施例の複合材料は比較例の複合材料と同等の強度（約 40kgf/mm^2 ）を有していることが認められた。

実施例10

強化材として平均繊維径 $0.3\mu\text{m}$ 、平均繊維長 $150\mu\text{m}$ のSiCウイスカ（東海カーボン株式会社製）が使用され、SiCウイスカの体積率が 10% 、 25% に設定され、Ti粉末の体積率が 50% に設定され、マトリックス金属の溶湯として 780°C の純A 1 の溶湯が使用され、成形体及びアルミナ管を溶湯中に浸漬する時間が 30 分に設定された点を除き、上述の実施例9の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、その断面を光学顕微鏡にて観察したところ、この実施例に於ても元のSiCウイスカよりなる成形体の領域にミクロポアを含まず個々のSiCウイスカの間に純A 1 が良好に充填されており、SiCウ

イスカと純A 1 との密着性に優れた複合材料が形成されていることが認められた。

実施例11

マトリックス金属の溶湯として 680°C の純Mgの溶湯、 680°C のMg合金（JIS規格AZ 91 ）が使用された点を除き上述の実施例10の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造した。

その結果この同様の複合材料に於ても、それぞれ純Mg及びMg合金がミクロポアを生じることなく個々のSiCウイスカの間に充填されており、SiCウイスカと純Mg及びMg合金との密着状態も良好であることが認められた。

実施例12

強化材として実施例8に於て使用された酸化亜鉛ウイスカ及びSiC粒子の均一な混合物が使用され、酸化亜鉛ウイスカ及びSiC粒子の体積率が共に 5% に設定され、Ti粉末の体積率が 70% に設定され、マトリックス金属の溶湯として 730°C のA 1 合金（JIS規格A 2024 ）が使

用され、成形体及びアルミナ管を溶湯中に浸漬する時間が10分に設定された点を除き、上述の実施例9の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、その断面を観察した。

その結果Al合金がミクロポアを生じることなく個々のウイスカ及びSiC粒子の間に充填されており、ウイスカ及びSiC粒子とAl合金との密着状態も良好であることが認められた。

またこの実施例に於て、Ti粉末として平均粒径 $20\mu\text{m}$ 、 $60\mu\text{m}$ のTi粉末が使用された場合にも同様に良好な複合材料が形成されることが確認された。

実施例 13

平均繊維径 $20\mu\text{m}$ のアルミナ長繊維(デュボン社製「ファイバーFP」)を繊維巻取り機にて巻取ることによりヤーン状にし、該ヤーンを水にて湿らせた後 -50°C に冷凍し、長さ 30mm に切断した後、内径 30mm 、長さ 35mm 、肉厚 3mm のアルミナ管内にアルミナ管の長手方向に沿って充填し、しかる後ヤーンを十分乾燥することにより、

時間が約1時間に設定された点を除き、上述の実施例9の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、その断面を観察した。

その結果Al合金がミクロポアを生じることなく個々のアルミナ長繊維の間に充填されており、アルミナ長繊維とAl合金との密着状態も良好であることが認められた。

上述の実施例9～実施例13の何れの場合にも、形成された複合材料中には実質的にTi粉末は存在していなかった。また上述の実施例9～実施例13に於て、Ti粉末の成形体の代りにアルミナ管内に各実施例の場合と同一の体積率にてTi粉末が充填された点を除き、それぞれ対応する実施例の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造したところ、それらの場合にも同様に良好な複合材料が形成されることが確認された。

実施例 14

第13図に示されている如く、厚さ約 $0.3\mu\text{m}$ のTi被覆60を有する平均粒径 $3\mu\text{m}$ 、平均繊維長 0.2mm のアルミナ-シリカ短繊維62

第9図に示されている如くアルミナ管46内に体積50%にて一方向に配向されたアルミナ長繊維48よりなる成形体50を形成した。また平均粒径 $40\mu\text{m}$ のTi粉末(大阪チタニウム株式会社製)に対し圧縮成形を行うことにより体積率50%のTi粉末52よりなり直径 30mm 、厚さ 5mm の寸法を有する成形体54を形成した。

次いで第11図に示されている如く、成形体54を成形体50の一端に当接するようアルミナ管46内に配置し、アルミナ管の成形体54が配置された側の端部を直径 36mm 、厚さ 3mm のアルミナよりなる円板56にて閉ざし、円板56をシリカバインダにてアルミナ管の一端に接着することにより固定した。次いでアルミナ管46及び円板56の周りに繊維径 $100\mu\text{m}$ のタンタル線58を巻掛けて結束することにより、成形体をアルミナ管内に固定した。

次いでマトリックス金属の溶湯として 700°C のAl合金(JIS規格AC8A)の溶湯が使用され、成形体及びアルミナ管を溶湯中に浸漬する

(イソライト工業株式会社製「アルシロン」)をコロイダルシリカ(日産化学株式会社製「スノーテックスS」)水溶液中に投入して繊維が十分解繊されるまで水溶液を攪拌した後、該水溶液に対し吸引成形を行うことにより、第14図に示されている如く、Ti被覆を有するアルミナ-シリカ短繊維62よりなり $100\times 38\times 16\text{mm}$ の寸法を有する成形体64を2個形成した。尚この成形体の乾燥後のアルミナ-シリカ短繊維(Ti被覆を含む)の体積率は25%であり、シリカバインダの濃度は繊維(Ti被覆を含む)の重量に対し1%であった。

次いで各成形体を 680°C 、 800°C に維持されたAl合金(JIS規格AC8A)の溶湯中に約15分間浸漬し、しかる後成形体を溶湯より取出してそのままの状態での成形体中の溶湯を凝固させた。

またマトリックス金属の溶湯として 700°C 、 750°C のMg合金(JIS規格AZ91)が使用された点を除き、この実施例の場合と同一の要

領及び条件にて複合材料を製造した。

次いでかくして形成された各複合材料をその軸線を通る平面に沿って切断し、その断面を研磨して光学顕微鏡にて観察したところ、何れの複合材料に於てもミクロポアを生じることなくマトリックス金属が個々のアルミナ短繊維の間に良好に充填され、アルミナ短繊維とマトリックス金属との密着状態も良好であることが認められた。

尚比較の目的で、Ti被覆を有しないアルミナ短繊維を用いて同様に複合材料の製造を試したところ、マトリックス金属がAl合金及びMg合金の何れの場合にもマトリックス金属の溶湯は成形体中に浸透しなかった。

実施例15

強化材として厚さ約0.1 μ mのTi被覆を有する平均繊維径0.3 μ m、平均繊維長100 μ mのSiCウイスカ(東海カーボン株式会社製)が使用され、SiCウイスカ(Ti被覆を含む)の体積率が20%に設定され、マトリックス金属

を製造した。

その結果Ti被覆の厚さが0.1 μ m以上に設定され場合には個々のアルミナ短繊維の間にAl合金が良好に充填されており、アルミナ短繊維とAl合金との密着性も優れていることが認められた。

従ってTi被覆の厚さは0.1 μ m以上であることが好ましいことが解る。尚Tiは比較的高価な金属であり、またTi被覆の厚さが高い値である場合には複合材料中のTiの量も高い値になるので、Ti被覆の厚さの上限値は1 μ m程度であることが好ましいものと考えられる。

実施例17

厚さ約0.5 μ m、1 μ mのTi被覆を有する平均繊維径3 μ m、平均繊維長1 μ mのアルミナ短繊維(ICI社製)が強化材として使用され、アルミナ短繊維(Ti被覆を含む)の体積率が5~60%(5%ごと、60%が成形限界)に設定され、マトリックス金属の溶湯として700℃のAl合金(JIS規格AC7A)の溶湯が使用され

の溶湯として680℃、850℃のAl合金(Al-4wt%Cu-1wt%Si)の溶湯が使用され、成形体を溶湯中に浸漬する時間が10分に設定された点を除き、上述の実施例14の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造し、その断面を光学顕微鏡にて観察したところ、この実施例に於ても元の成形体の領域にミクロポアを含まず個々のSiCウイスカの間にAl合金が良好に充填されており、SiCウイスカとAl合金との密着性に優れた複合材料が形成されていることが認められた。

実施例16

厚さ約0.05、0.1~1 μ m(0.1 μ mごと)のTi被覆を有する平均繊維径3 μ m、平均繊維長1 μ mのアルミナ短繊維(ICI社製)が強化材として使用され、成形法として圧縮成形法が採用され、マトリックス金属の溶湯として850℃のAl合金(Al-6wt%Cu-0.5wt%Mg)の溶湯が使用された点を除き、上述の実施例14の場合と同一の要領及び条件にて複合材料

を製造した。その結果アルミナ短繊維(Ti被覆を含む)の体積率が5%に設定された場合にはマトリックス中に極く少量のポアが生じていたのに対し、アルミナ短繊維(Ti被覆を含む)の体積率が10%以上に設定された場合には個々のアルミナ短繊維の間にAl合金が良好に充填されており、アルミナ短繊維とAl合金との密着性に優れていることが認められた。

その結果アルミナ短繊維(Ti被覆を含む)の体積率が5%に設定された場合にはマトリックス中に極く少量のポアが生じていたのに対し、アルミナ短繊維(Ti被覆を含む)の体積率が10%以上に設定された場合には個々のアルミナ短繊維の間にAl合金が良好に充填されており、アルミナ短繊維とAl合金との密着性に優れていることが認められた。

従ってTi被覆を含む強化材の体積率は10%以上であることが好ましいことが解る。尚後述の実施例19に於ける強化材の体積率は75%であるので、Ti被覆を含む強化材の体積率の上限値は成形限界に対応する体積率であるものと考えられる。

実施例18

強化材として厚さ約1 μ mのTi被覆を有する平均繊維径3 μ m、平均繊維長1 μ mのアルミナ短繊維(ICI社製)が使用され、成形体を溶湯中

に浸漬する時間が0.5分、5分、30分に設定された点を除き、上述の実施例14の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造したところ、この実施例に於ても個々のアルミナ短繊維の間にAl合金が良好に充填されており、アルミナ短繊維とAl合金との密着性に優れた複合材料が形成されていることが認められた。

実施例19

強化材として厚さ約10 μ mのTi被覆を有する平均粒径30 μ mのSiC粒子(昭和電工株式会社製)が使用され、SiC粒子(Ti被覆を含む)の体積率が75%に設定され、マトリックス金属の溶湯として850℃の純Alの溶湯及び700℃の純Mgの溶湯が使用され、成形体を溶湯中に浸漬する時間が1分に設定された点を除き、上述の実施例14の場合と同一の要領及び条件にて複合材料を製造した。

その結果個々のSiC粒子の間に純Al又は純Mgが良好に充填されており、SiC粒子とマトリックス金属との密着性に優れた複合材料が形成

されていることが認められた。

以上に於ては本発明を幾つかの実施例について詳細に説明したが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではなく、本発明の範囲内にて他の種々の実施例が可能であることは当業者にとって明らかであろう。

〔発明の効果〕

以上の説明より明らかである如く、本発明によれば、成形体がマトリックス金属としての軽金属の溶湯に接触せしめられ、Ti又はTi合金の微細片又は被覆が溶湯の熱によって加熱されると、Tiにより成形体内の酸素や窒素が吸着され、その結果成形体内の圧力が低下して軽金属の溶湯が成形体中に効果的に吸引されるので、マトリックス金属の溶湯を加圧したり成形体を高温に加熱しなくてもよく、これにより個々の強化材の間に軽金属が良好に充填された複合材料を能率よく且低廉に製造することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図はSiC粒子とTi粉末とよりなる成形

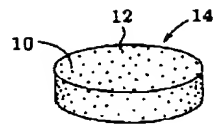
体を示す斜視図、第2図は第1図に示された成形体がAl合金の溶湯中に浸漬された状態を示す断面図、第3図はアルミナ短繊維よりなり中央に穴を有する成形体を示す斜視図、第4図はTi粉末よりなる成形体を示す斜視図、第5図は第3図及び第4図に示された成形体よりなる複合成形体を示す斜視図、第6図はアルミナ-シリカ短繊維よりなる成形体を示す斜視図、第7図はTi粉末よりなる成形体を斜視図、第8図は第6図及び第7図に示された成形体がアルミナ管内に配置された状態を一部破断して示す斜視図、第9図はアルミナ管内にアルミナ長繊維が充填された状態を示す断面図、第10図はTi粉末よりなる成形体を示す斜視図、第11図は第10図に示された成形体がアルミナ管内に配置されアルミナ管の一端が閉ざされた状態を示す斜視図、第12図はアルミナ管の周りにタンタル線が巻掛けられ結束された状態を示す斜視図、第13図はTi被覆を有するアルミナ-シリカ短繊維をその一部を破断して示す斜視図、第14図は第13図に示されたアルミナ

-シリカ短繊維よりなる成形体を示す斜視図である。

10…SiC粒子、12…Ti粉末、14…成形体、16…Al合金の溶湯、18…ヒータ、20…アルミナ-シリカ短繊維、22…穴、24…成形体、26…Ti粉末、28…成形体、30…タンタル線、32…複合成形体、34…アルミナ-シリカ短繊維、36…成形体、38…Ti粉末、40…成形体、42…アルミナ管、44…タンタル線、46…アルミナ管、48…アルミナ長繊維、50…成形体、52…Ti粉末、54…成形体、56…円板、58…タンタル線、60…Ti被覆、62…アルミナ-シリカ短繊維、64…成形体

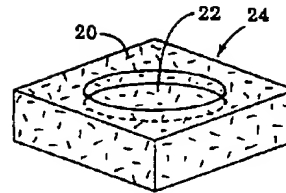
特 許 出 願 人	トヨタ自動車株式会社
代 理 人	弁理士 明石 昌毅

第 1 図

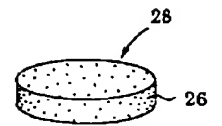


10...SiC粒子
12...Ti粉末
14...成形体
16...アルミニウム合金の溶湯

第 3 図

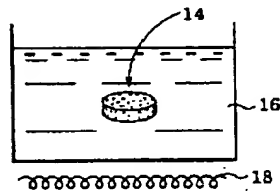


第 4 図

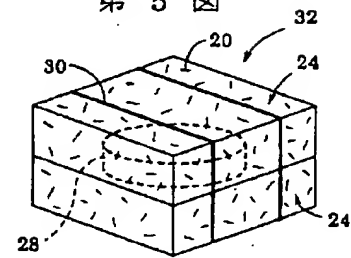


20...アルミナ-シリカ短繊維
24...成形体
26...Ti粉末
28...成形体
32...複合成形体

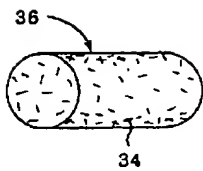
第 2 図



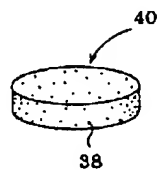
第 5 図



第 6 図

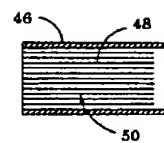


第 7 図

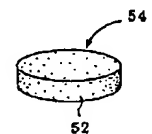


34...アルミナ-シリカ短繊維
36...成形体
38...Ti粉末
40...成形体
42...アルミナ管

第 9 図

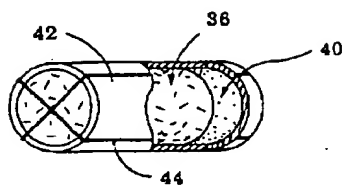


第 10 図

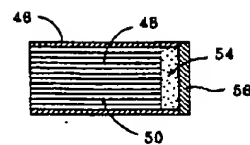


46...アルミナ管
48...アルミナ長繊維
50...成形体
52...Ti粉末
54...成形体

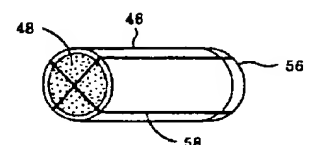
第 8 図



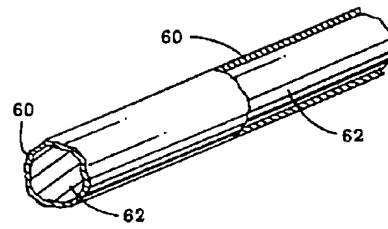
第 11 図



第 12 図



第 13 図



60...Ti被覆
62...アルミナ-シリカ短繊維
64...成形体

第 14 図

